

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-29359

⑮ Int. Cl.³
A 61 L 15/03

識別記号

府内整理番号
6675-4C

⑯ 公開 昭和57年(1982)2月17日

発明の数 2
審査請求 有

(全 9 頁)

⑩ 繊維性コラーゲン質止血-接着性生地

一州08512 クランバリー・ボックス176ビー・アールディ2

⑪ 特 願 昭56-87022

⑫ 出 願 昭56(1981)6月8日

アビコン・インコーポレーテッド

優先権主張 ⑬ 1980年6月12日 ⑭ 米国(US)

アメリカ合衆国テキサス州7610

⑮ 158734

1フォート・ワース・サウス・

⑯ 発明者 フレット・アルバート・セラバー

フリーウエイ6201

ロー

⑰ 代理人 弁理士 川瀬良治 外1名

アメリカ合衆国ニュージャージ

明細書の添書(内容に変更なし)

明細書

1. [発明の名称]

繊維性コラーゲン質止血-接着性生地

2. [特許請求の範囲]

1. 本質的にコラーゲン又は理論化学量の約5.0乃至約9.0%のイオン化性酸を含むコラーゲンのイオン化性水-不溶性部分塩より成る止血-接着性繊維0.5乃至3.5重量%を水性液体中に含むスラリを製造し、上記スラリの予め定めた量を凍結乾燥機トレイに入れかつスラリを凍結乾燥する工程より成ることを特徴とする上記繊維からの切れた生物学的表面に当てるためのベルベット様、止血-接着性繊維性不織生地の製法。

2. 水性液体が水である特許請求の範囲第1項に記載の方法。

3. 水性液体が水でありかつスラリが0.5乃至2.5重量%

の繊維を含む特許請求の範囲第1項に記載の方法。

4. 繊維が本質的にコラーゲンより成る特許請求の範囲第1項に記載の方法。

5. 繊維が理論化学量の6.0乃至8.5%のイオン化性酸を含むコラーゲンのイオン化性水-不溶性部分塩より本質的に成る特許請求の範囲第1項に記載の方法。

6. 繊維がコラーゲンのイオン化性水-不溶性部分塩化水素塩より本質的に成る特許請求の範囲第5項に記載の方法。

7. 水性液体が水とエタノールの混合液である特許請求の範囲第1項に記載の方法。

8. スラリを-4.0℃の温度で凍結させ凍結したスラリを5.0ミクロンの圧力のもとで3.8乃至4.0℃の温度で乾燥する特許請求の範囲第1項に記載の方法。

9. コラーゲン又は理論化学量の5.0乃至9.0%の量のイオン化性酸を含むコラーゲンのイオン化性水-不溶性部分

塩の繊維より本質的に成りかつ2乃至10mmの厚さ、2.5乃至250g/m²の基準重量および巾12.7mm当り2.0乃至9.0g/m²の引張り強さをもつ繊維性ペルベクト様多孔性不織生地であることを特徴とする切れた生物学的表面に当てるための止血-接着性包帯。

10. 生地が3.0乃至約8.5の強韌係数をもつ特許請求の範囲第9項に記載の止血-接着性包帯。

11. 生地が本質的にコラーゲン繊維より成りかつ生地が生地グラム当り水5乃至10gの保水能力をもつ特許請求の範囲第9項に記載の止血-接着性包帯。

12. 生地が本質的にコラーゲンのイオン化性水-不溶性部分塩の繊維より成りかつ生地が生地グラム当り水2.0乃至5.0グラムの保水能力をもつ特許請求の範囲第9項に記載の止血-接着性包帯。

13. 生地が本質的にコラーゲン又は理論化学量の6.0乃至

着性包帯。

5. [発明の詳細な説明]

本発明は自然のコラーゲンからつくつた本質的に微細繊維より成る医療および外科目的に特に適した不織シート又は生地に関する。

種々の処理されたまた製造された形のコラーゲンは医療および外科操作にまた外傷の治療に便利であることは從来から知られている。ある形のコラーゲンは外傷包帯として使われた場合止血性をもちまた抗原性が小さい。オルランド A. パティスタ、マメルト M. クルツ、Jr.、およびメリット R. ヘイトの1973年7月3日公告米国特許第3,742,955号は自然の又は天然のコラーゲンからつくつた血液で湿ると止血性および切れた生物学的表面を接合するに十分な独特の接着性をもつ微細繊維の綿毛の様な物体を記載している。

8.5%のイオン化性酸を含むコラーゲンのイオン化性水-不溶性部分塩の繊維より成りかつ生地が2.5乃至7mmの厚さ、8.0乃至200g/m²の基準重量、巾12.7mm当り3.0乃至4.5g/m²の引張強さ、および3.5乃至7.5の強韌係数をもちまた生地の孔の75%が約1.0乃至1.1ミクロンを超えない直径をもちまたすべての孔が1.5ミクロンを超えない直径をもつ特許請求の範囲第9項に記載の止血-接着性包帯。

14. 生地が本質的にコラーゲン繊維より成りかつ生地グラム当り水5乃至10gの保水能力をもつ特許請求の範囲第13項に記載の止血-接着性包帯。

15. 生地が理論化学量の6.0乃至8.5%の塩化水素を含むコラーゲンのイオン化性水-不溶性部分塩化水素塩の繊維より本質的に成りかつ生地グラム当り水2.0乃至5.0gの保水能力をもつ特許請求の範囲第13項に記載の止血-接

着性包帯。

上記特許に記載のとおり止血-接着性物質は微細繊維の綿毛の様な物体である。繊維状物体は立方フート当り約8ボンド以下(0.128g/cm³以下)、好みしくは1.5乃至6.0ボンド、(0.024乃至0.096g/cm³)のかさ密度をもつ。綿毛状物体は傷口で血液とまざると表面組織に付着し結合せる必要なく傷口をふさぐ物体となる。繊維はコラーゲン又はイオン化性酸を理論化学量の約5.0乃至約9.0%含むコラーゲンのイオン化性水-不溶性部分塩より本質的に成るコラーゲンの部分塩より成るものでよい。本発明に使用する微細繊維の綿毛状物体は上記特許に記載のとおり製造できる。

綿毛状繊維物体は止血-接着性物体として非常に有効であるが、製品のかさばつた組織のない性質は取扱い上また製品を傷口にあてる上から欠点である。製品の低密度、無組織および綿毛状性質のため繊維物体を傷口に鉗子を使つ

て又はゴム手袋をけめた手で運ぶ必要がある。この取扱い方法では纖維は取扱い量からはなれまた纖維物体の一部は糸子又はゴム手袋に付着する。

これらの纖維は製紙技術に使われる普通の方法でシートに変えることができる。しかしコラーゲンからつくつた纖維は水に敏感なため、これら纖維から生成した水でひろげたシート又は生地は粗く板状で羊皮紙状構造となる。この羊皮紙状シートは傷表面にたやすく適合しないばかりか最も重要なことは止血・接着性が完全に失なわれる。

マーメット M. クルツ、Jr.、オーランド A. パツティスター、ラバーン C. トレッサーおよびカーミンシロラの 1974年5月14日公告米国特許第 3,810,473号は止血・接着性纖維の綿毛状物体を纖維の止血性と接着性を保つたままの液体でひろげた生地に転換する方法を発表している。止血・接着性纖維を容量で有機液体 9.5%と水 5

%から有機液体約 8.5%と水 1.5%までの組成をもつ混合液より成る液体にスラリ化して粗い羊皮紙状構造生成を防ぐ。有機液体がエタノールである時は混合液は重量でエタノール 9.373%と水 6.27%からエタノール約 8.169%と水 1.831%を含む。エタノール 9.5%重量以上 100%重量までの液体でスラリ化すると製品は止血効果、傷口への付着性およびデラミネーションにおける“生体”での成績は良好であるが取扱い上は不十分である。粘着力が非常にわるいのでシートはもろく切れ易くまた非常に碎け易いので通常の運搬、取扱いに耐えない。

マーメット M. クルツ、Jr.、ジョン H. テナリー、およびラバーン C. トレッサーの 1977年4月12日許可米国特許第 4,016,877号は同特許第 3,810,473号の生地の欠点を改良した液体でひろげた不織布の製法を発表している。同特許第 4,016,877号に掲載のとおり纖維

を同特許第 3,742,955号における様に少量の濃塩酸を含む 1.0%エタノール中にスラリ化し、沈澱させてシート又は生地とし一定圧力で圧縮した後東絹乾燥してシート又は生地とする。スラリ化液体中に含まれる僅かの水は塩酸添加によつてもたらされたもの、大気中から吸収したであろうものおよび纖維に含まれている水である。この加えられた水量は約 1.05乃至約 5%である。

スラリ化液にエタノール使用を要する。これらの方法は 6×6 (12.25 × 12.25 cm) の最終仕上りシートを製造するにエタノール約 3L を要し主としてこのエタノール経費のためこの方法は不便である。また大量の 1.0%エタノールの開放処理は危険な環境を生ずる。

医療および外科用の生地製造に有機液体としてのエタノールについて述べたが、他の目的にエタノールはアルコール類、ケトン類等、例えばメタノール、イソブロペノール、

アミルアルコール、メチルエチルケトン、アセトンおよびこれら有機溶剤混合液の様な低分子量水混和性の他の有機溶媒で代替できる。エタノール以外の有機液体使用も可能である。しかし製品が外科用途を目的とする場合製品がこれら他の溶媒を全然含まないことが重要である。更に大量のこれら他の溶媒の開放処理もまた危険な環境を生ずる。

チャールスアーテンディの 1964年11月17日許可米国特許第 3,157,524号はコラーゲンスポンジの製法を発表している。この方法によれば溶媒和コラーゲン小纖維の酸分散液を凍結する。次いで濃水酸化アンモニウムを含むイソブロペノールの様な水混和性有機溶媒より成る面選択性中に凍結構造物を浸漬する。1965年2月の

Annals of Surgery 161巻 238-247ページのエール E. ピーコック、ヒリアード P. セイグラーおよびポール W. ピッガースの“肝臓傷害治療におけるかつ色

「コラーゲンスポンジ使用」と題する文献に示されているところこのコラーゲンスpongは接着性をもたない。使用する際スpongが傷口と機械的に接触を保つことが大事である。

オーランド A. パツティスターの1972年1月4日許可米国特許第3,632,361号には同特許第3,742,955号に発表された形のコラーゲンのイオン化性水不溶性部分塩類からスpong状物体の製法が発表されている。この方法によればコラーゲンの部分塩より成る繊維を水中ですつて安定分散液とするのである。次いでこの安定分散液を凍結乾燥してスpong状物体とする。このスpong状物体は実質的に繊維ではなくフィルム状層より成る。製品は部分塩繊維の止血性と接着性の両方を共に欠いている。

本発明は自然又は天然のコラーゲンからつくつた微細繊維の綿毛状物体の止血-接着性を保持する繊維性不織マット

ト又は生地の製法を提供するものである。

本発明の方法は揮発性有機溶媒のスラリ化液体使用による欠点を解決する。

本発明はコラーゲンからつくつた微細繊維の綿毛状物体のもつ止血性と接着性を保持する繊維性不織マット又は生地を提供する。

本発明はまた柔軟性で薄片とならずまた繊維に分解せず使用中通常取扱いおよび輸送に耐えるに十分な粘着性をもつ繊維性不織マット又は生地を提供するものである。

本発明の他の目的および利点は下記方法並びに製品の記述で明白となるであろう。

本発明はコラーゲンからつくつた繊維を水にスラリ化しその一定量を鍋又はトレイに入れてスラリを凍結乾燥して生成した微細繊維の綿毛状物体のもつ止血性と独特な接着性を保持する不織シート又は生地を提供するものである。

繊維性コラーゲン物質は自然状態の加工しないあらゆるコラーゲン又は例えば牛皮、鶏、豚 又は他の高濃度性コラーゲン原料の様な脱脂した食用形コラーゲンから製造できる。コラーゲンのよい原料は牛生皮、生豚皮、生羊皮および皮製造に便利に使われる皮筋がある。好ましい原料は生牛皮からとつた食用真皮である。

繊維の製造は真皮の様な湿状態のコラーゲン原料をアーシュミルの様な切断機で約0.25乃至約0.5インチ(6-12.7mm)大の小片又は小塊に切断する。別に小片を碎末と混合するなどして纖維化し混合物を上記小片生成に使用したものより小さい寸法に切断できるアーシュミルにとおしてもよい。コラーゲン原料を繊維の綿毛状物体に加工するには繊維の膨潤又は水和を調節することが重要である。繊維の膨潤又は水和が甚しいと水素結合のより多くの位置が生成されて成績の最も高い角質化又は高密度化がおこる。

この角質化は乾燥した材料を止血性と接着性を与えるに必要な低かさ密度と綿毛性を生ずるに要する機械的細断又は機械化に対して極めて抵抗性あるものにする。

したがつてコラーゲン原料は大部分が低分子量アルコール、好ましくはエタノールの様な水混和性有機溶媒で残余が水より成る液体状態中に処理される。例えばコラーゲン小塊は先づエタノール70%と混塊中に含まれる水を併せて水30% (重量で) より成る液中にスラリとされる。小塊と液中のエタノール量が均衡するに十分の時間混合した後小塊を液から分離し、それを更にエタノールの様な有機溶媒のより高い割合をもつ水液中にスラリ化する。つづく各スラリ化操作において有機溶媒の割合を次第に増して数回のスラリ化操作後コラーゲン含水量が約1乃至2%に低下する様にする。遠心分離などによつてコラーゲンを液から分離し乾燥する。乾燥はオープン乾燥でもよいが、例え

は 60°C、29インチ (710 mmHg) 真空 (9.47 kPa 绝体) で約 1.6 時間真空乾燥することが好ましい。一般にこの真空乾燥により揮発分は約 1% となる。

コラーゲンのイオン化性水-不溶性部分塩を生成しない場合のイオン化性酸の必要量はスラリ化水液に添加できる。酸は第 2 回スラリ化工程で混合するとよい。液に加える酸量は理論的化学量の結合酸量の約 5.0 乃至 9.0%、好ましくは 6.0 乃至 8.5% の結合酸量との部分塩を生成する様な量である。コラーゲンを酸含有液と部分塩生成に十分の時間スラリ化した後コラーゲン物質を液から分離し上記のとおりスラリ化操作をつづける。塩酸はコラーゲンの部分塩製造に好ましい酸である。他のイオン化性無機および有機酸類、例えば硫酸、臭化水素酸、りん酸、シアノ酢酸、酢酸、くえん酸および乳酸も適当である。

乾燥したコラーゲン物質は集合を解く処理によつて微細

特開昭 57-29359(5)

繊維の綿毛状物体に変えられる。この処理の前に物質を水および(又は)有機溶媒の様な揮発分を約 8 乃至 1.5% 含む様処理するとよい。これは通常大気温と湿度(21 乃至 24°C 、 40 乃至 60 % 相対湿度)の大気中に乾燥コラーゲン物質を約 8 乃至 24 時間おけばできる。必要なかさ密度と表面積をもつ様纖維化することはハンマー-ミル形混合機、例えばフリツツミルの様な装置によつてできる。

本発明による製品製造には微細コラーゲン繊維の綿毛状物体を強つた又は新鮮な牛真皮からつくつた。真皮を高速切断機(アーシュミル)で小塊に切断した。小塊の一部をエタノールを使って処理しました他の部分を上記のとおり第 2 回エタノールスラリ化液に塩酸を加えて処理し光。酸は塩化水素を化学量論量の約 8.5% 含む水不溶性イオン化性コラーゲン部分塩酸塩を生成するに十分な量であつた。

処理した塊を約 60°C 、圧力約 2.55 kPa (175 mmHg)

H_2) で約 6 時間真空乾燥した後、圧力を約 3.3 kPa (25 mmHg) に下げる約 6 時間乾燥をつづけた。次いで乾燥塊の含水量を約 1.0% に増加する様約 22°C 、相対湿度 5.0% の清潔室内に約 1.6 時間保つた。条件処理した塊を目開き 0.062×0.5 インチ ($1.6 \text{ mm} \times 12.7 \text{ mm}$) をもちふるいの両側に対し 30° の角度のスロットをもつ特殊スロットふるいをもつ 5000 rpm のフリツツミル(DA 50-6-563 型)にとおして塊を纖維化した。纖維化した物体を次にフリツツミルにとおして微細繊維の綿毛状物体とした。

繊維を蒸留水および蒸留水とエタノールの混合液より成るスラリ化液に加え全体をしづかに搅拌して繊維を液にスラリとして生成物をつくつた。スラリは約 0.5 乃至約 4.0% (乾燥基準) の繊維を含んでいた。各スラリをボリエチレンフィルムで内張りした凍結乾燥用トレイに移した。

トレイに移したスラリ量は生成物の組み厚さおよび基準重量(g/cm^2)によつてきめた。凍結乾燥はレップ凍結乾燥機、40型で行なつた。物体を入れたトレイを約 -40°C の乾燥たな上においてた。スラリを凍結させるに厚さと基準重量によつて約 1 乃至約 1.5 時間を要した。次いで真空にしたを加熱して温度を 38 乃至 40°C に上昇し絶対圧を約 6.7 ePa (50 ミクロン H_2) に下げた。凍結スラリは厚さによるが乾燥に約 2.4 乃至約 4.8 時間を要した。

上記のとおり製造した生成物は表 1 に示す様な種々の物理試験をした。ある製品は止血材料としての製品効果を例証するに適した外科的試験法にも使用した。

製品の基準重量と厚さはスラリの固体含量および凍結乾燥トレイに入れたスラリ品質による。実施例 6、8 および 10 に示すとおり製品の厚さと基準重量はそれぞれ同一品質のスラリが凍結乾燥トレイに加えられたとしてスラリの

特開昭57-29359(6)

を満たす。系の圧力を漸次 4.5 MPa (5000 psi)

迄あげる。種々の圧力における孔に侵入した水銀容積読みを記録する。圧力・容積関係を曲線としそれから孔直径および侵入結果を直接よみとることができ。試験は実質的に孔の全部が直径 1.5 ミクロン 以下であることを示した。表1に示した結果は孔の 7.5 多くが記載の値より小さな直径をもつことを表わしている。

固体濃度によつて直接変る。

種々の製品の引張強さは $2.54 \text{ cm}/\text{分}$ のクロスヘッド速度、 $5.08 \text{ cm}/\text{分}$ のチャート速度を用い、実施例9と11では 0.5 kg の負荷範囲で、実施例12においては 1 kg の負荷範囲でまた実施例6と7では 2 kg の負荷範囲で標準インストロンTM 1123型引張試験器で測定した。引張強さ測定には各実施例の試料は巾 1.27 mm に切つた。試験はパルプ紙工業技術協会(TAPP)試験法T 414 ts 65によつて行なつた。表1に報告した結果は 1.27 mm 片に対するグラムで表わした平均破壊荷重である。

試料の多孔率は水銀浸入多孔率計、特にアミンコウインスロー水銀多孔率計、型式5-7121Aを使用して測定した。この形の装置はある大きさの孔に侵入する水銀容積は与えた圧力に直接比例するという原理を利用している。既知重量の試料を補正した管に入れ系を真空にした後水銀

生地試料をガラス円筒上に置き(22°C)、相対湿度約50%において24時間巻いておいた後試料をはなしそのまま偏平になることをもつて生地の強靭性を調べた。試料を $1.9 \text{ cm} \times 7.9 \text{ cm}$ 片に切断し直徑 2.54 cm のガラス管に巻きつけスコッチテープでとめた。24時間終了時点試料の中央部を水平面に接触させて管を水平においた。管の上で試料両端を共にとめているテープを切り、自由になつた生地端をガラス管から離はなし、その自重のもとで巻きをも

どさせた。水平面と試料ののびた端の間の角度を測定して巻きののびた量を調べた。この角度(度で表示)を強靭係数として表1に示している。

この強靭係数は生地の傷外形に順応し易さの表示である。この係数の小さい程より容易に外形順応に使用できる。この係数は約3.0乃至約8.0に大きく異なるが、3.5乃至6.5が好ましい。

生地試料 0.50 g を正確に秤量し7インチ×7インチ($17.75 \text{ cm} \times 17.75 \text{ cm}$)の粗木棉布上に試料をおいて生地の保水能力を調べた。粗木棉布の三側を集めて"バスケット"状に止めた。このバスケットを鉛子を使って糞留水に浸け水中に60秒間浸しておいた。次いで僅バスケットを引上げ振らずに60秒間過剰の水を吐とした。僅バスケットと中の生地を直ちに秤量した。同様の方法を用いて同様の粗木棉と止め金の保水能力を調べた。測定重量か

ら生地の保水能力を計算し生地グラム当たりの水グラム数として表1に報告している。

スラリとする液、水又は水とエタノールの混合液の性質は生地性質に測定できる影響をもたない。明らかにエタノールを省くことによつて溶媒吸扱い上おこる危険を避け経費を減少する。

スラリ中の纖維濃度は生地特性に最大の影響をもつ。実施例1、2および3に示されるとおり、4%纖維を含むスラリから生成した生地は粗く硬くまた板状で不適当である。止血性と接着性は共にわるくまた生地は硬いため凸凹の傷口に順応しない。0.5%程度の少量の纖維を含むスラリはよい生地を生成する。低濃度スラリからの生成物生成には少なくも 2.5 mm の厚さの生地生成に十分な量をトレイに使用する。この低固体スラリ使用には厚さ対基準重量のバランスが必要である。実施例8と10に示すとおり厚さが約

2.5 mm以下で基準重量が約50 g/m²以下の場合は生成物はうすく、むしろもろくまた“べたつく”手触りを示す。

4 種固体スラリから製造した実施例2と3によつてまだ0.5 種固体スラリから製造した実施例11によつて示すとおり、生地は5.1 mm厚さをもつていた。実施例2と3の生地は粗く硬くまた板状であつたが、実施例11の生地は柔かであつたが幾分もろかつた。実施例2と3の生地は基準重量260 g/m²をもつていたが、実施例11の生地は基準重量80 g/m²であつた。実施例2と3の生地は止血-接着性生地として不適当であつたが実施例11の生地は良好である。

本発明の目的に適合する生地は約0.5乃至約3.5 %、好ましくは0.5乃至2.5 %の固体含量、約50乃至約250 g/m²、好みしくは80乃至200 g/m²の基準重量を上び約2.0乃至約1.0 mm、好みしくは2.5乃至7 mmの厚さを

もつスラリから製造できる。

本発明の製品の非常に顕著な特性はその物理的性質と外観にある。従来の凍結乾燥製品は幾分粗い不規則な斑点ある表面をもつスponジ状物体に似ているが、本発明の製品はやわらかく規則正しくまた白色のベルベットに似た表面をもつ。本製品は柔軟で通常の鉛筆に巻いても破れない。

実施例で製造したある製品を昆蟲動物の切れた生物学的表面の止血-接着材料としての血で湿つた場合の生地の効力のみでなくまた吸収性上およびはがす際の性質を評価するため設定した外科的試験方法を使用した。切れた生物学的表面には治療又は接合が必要であろう昆蟲動物の組織、軟骨、血管、骨および他の通常部分がある。

外科的方法には吸収性上の性質およびはがす際の性質が注目された。吸収性上の性質には粘着力、強さ、柔軟性、強靭性、鉄でシートをきれいに切断して小片にできる能力

および小片の傷口に対する頑健性を含む。はがす際の性質には傷口をおおう生地部分の付着をそこなわずに生地の過剰のへり部分を除去できる能力を含む。実際には傷のまわりに数ミリメートルを余しておおう様な大きさの小片をシートから切断する。止血後過剰部分、即ち傷のまわりの物質は除去し傷をおおう部分のみ残す際にはがすのがよい。

“生体における”外科的方法を麻酔した維持犬について行なつた。犬の脚部を出し切開傷をつくり、傷は約2.0×1.0 mmで深さ約1乃至2 mmであつた。上記のとおり試料生地から小片を切つたが、それは傷のまわりに約4~5 mm余る大きさであつた。研究は試料の種類を知ることなく符号付き生地試料を与えられたので評価はすべて“目視”であつた。

傷は自然出血の傷とする様乾燥外科用綿ガーゼパッドでぬぐい直ちに傷の上に試料をあてた。乾燥綿ガーゼパッド

で圧力をかけて試料を押えた。圧力を2分間かけた後ガーゼパッドをあげて血が止つたかどうか調べた。

試料を傷口に2.0乃至2.5分間おいた後はがしてみた。この検査は試料の余つた端を糸ではさみ自由端を持ち上げて過剰物質を除去するのである。傷表面に対する物質の付着および再出血を防ぎ傷をふさぐに必要な物質の過剰部分除去のたやすさが認められた。

研究担当者の生地評価を表Ⅱに示している。表Ⅱでわかるとおり、見本試料は実施例6、9、10および12で製造したとおりの生地から切りとつた。実施例6の生地からの試料は実施例6Bと同じだが、空気オープンで110°Cで2時間加熱後126°Cで20時間加熱して殺菌後試験した。担当者は試験した全試料が止血効力、接着性および吸収性の点で良好(S)と報告した。実施例6、10および12の試料の引はがし特性は良好であつた。実施例9と

6 B の試料は傷に付着部分のはしをもち上げずに試料の過

刺部分を除去することがむつかしくはしが上つた。合傷が出血するのでこれらの試料は不適当(U)と報告された。この部分に再び圧力をかければ止血できる。除去されない生地量は極く僅かなのでこれらの試料も実施例6、10および12と共に全体として良好(S)と判断された。

本発明の生地を傷にあて血で濡れた場合は止血物体を形成する、即ちそれ自体傷組織に付着し傷をふさぐ。生地を傷口にあてた場合止血に十分の時間押えるだけでよく、その後で圧力を除くことができる。

本発明の製品は止血・接着性をもつ繊維約0.5乃至約3.5重量%、好ましくは0.5乃至2.5重量%を含む水性スラリから製造しスラリを凍結乾燥する。繊維はコラーゲン又は理論化学量的結合酸含量の約5.0乃至約9.0%、好ましくは6.0乃至8.5%の結合酸含量をもつコラーゲンのイ

オン化性水・不溶性部分塩より成る。

本製品は軟らかな規則正しい白色ベルベット様表面をもつ繊維状であり生地が割れたり裂けたりすることなく直径0.25インチ(6mm)の棒のまわりに巻くことができる機十分曲げやすく柔軟性である。厚さは約2mmから約10mmまで変つてもよいが2.5乃至7mmが好ましい。蒸重は約2.5乃至約25.0g/m²、好ましくは8.0乃至20.0g/m²でよい。12.7mm巾の引張強さは約2.0乃至約9.0kg、好ましくは3.0乃至4.5kgである。繊維状生地の構造は実質的にすべての孔直径が約1.5ミクロンを超えない孔の75%が約1.0-1.1ミクロンを超えない孔直径をもつ様なものである。生地は約5.0乃至約8.5、好ましくは3.5乃至7.5の強度係数をもつ。コラーゲン繊維より成る生地は生地グラム当り約5乃至約10gの保水能力をもつが、コラーゲンの部分塩より成る生地は生地グラム当り

水約2.0乃至約3.5g、好ましくは2.2乃至3.2gの保水能力をもつ。

表 I

実 施 例	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
固体、%	4	4	4	5	2.5	2	2	1	1	0.5	0.5	2
スラリ液体	W	W/E*	W/E**	W	W	W	W	W	W	W	W	W
厚さ、mm	7.6	5.1	5.1	3.8	3.8	4.3	10.2	2.5	6.8	1.8	5.1	6.4
基準重量、g/cm ²	525	280	280	120	115	105	230	50	115	25	80	185
引張強さ、kg/12.7mm				161	149	429	894		706		502	224
多孔率、75%が右のミクロン以下				99.6	99.8	7.26	11.10		10.30		10.20	9.20
強調係数				80	79	52	61		63		58	61
保水能力、gH ₂ O/g試料				23.9	31.4	27.2	24.7		26.4		26.6	22
特性	H	H	H	V	V	V	V	VT	VS	VT	VSP	V

W - 蒸留水

* 90%水/10%エタノール

** 80%水/20%エタノール

手続補正書(方式)

昭和56年7月6日

特許庁長官 島田春樹 殿

1. 事件の表示

昭和56年特許願第87022号

2. 発明の名称

親和性コラーゲン質止血・接着性生地

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 アピコン インコーポレーテッド

4. 代理人

人 150

住所 東京都渋谷区桜ヶ丘24番8号
テサンマンション新南平台(電話476-2571)

氏名 弁理士(6323)川瀬良治

5. 補正の対象

願書に添付の明細書

6. 補正の内容

別紙のとおり手書き明細書をタイプ抄書に補正した。
ただし、内容の補正是ない。

S - 良好

U - 不適当